

DERWENT- 1984-098660
ACC-NO:

DERWENT- 198416
WEEK:

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Polyester particles storage treatment - involves heated
with satd. or superheated steam, to prevent water
absorption during storage

PATENT-ASSIGNEE: TEIJIN LTD[TEIJ]

PRIORITY-DATA: 1982JP-0154513 (September 7, 1982)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO | PUB-DATE | LANGUAGE | PAGES | MAIN-IPC |
|-------------|------------------|----------|-------|----------|
| JP 59045107 | A March 13, 1984 | N/A | 003 | N/A |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO | APPL-DESCRIPTOR | APPL-NO | APPL-DATE |
|--------------|-----------------|----------------|-------------------|
| JP 59045107A | N/A | 1982JP-0154513 | September 7, 1982 |

INT-CL (IPC): B29B001/00, B29B003/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 59045107A

BASIC-ABSTRACT:

The polyester particles comprise principle repeating units of alkyleneterephthalate. As soon as the particulate polyester is formed from its polymer, its surface layer, at least, is crystallised. The crystallised surface layer prevents the polyester from having increased water content on storage and after drying just before melting.

The polyester pref. comprises ethyleneterephthalate repeating units and has 10 mol.% or less of the tert. component (such as dibasic

acid, oxyacid, glycol). It may contain 10 wt.% or less of other polymer, fire-retardant, colour stabiliser, etc.

In order to crystallise the surface layer (pref. 20 microns or more), the particulate polyester (in the form of chips, pellets, flake, or powder) is treated with heated steam (satd. or superheated) at 110 deg. C or higher (pref. 120-200 deg. C in the case of the latter steam).

CHOSEN- Dwg.0/0
DRAWING:

TITLE-TERMS: POLYESTER PARTICLE STORAGE TREAT HEAT SATURATE SUPERHEAT
STEAM PREVENT WATER ABSORB STORAGE

DERWENT-CLASS: A23

CPI-CODES: A05-E04D; A11-A; A11-B02; A12-S09;

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0004 0016 0037 0229 1291 3178 1317 1319 1405 1462 1838
2221 2237 2351 2386 2413 2541 3250 2572 2589 2597 2640
2654 2677

Multipunch 014 03- 038 075 143 144 151 155 163 166 169 170 171 195
Codes: 312 329 371 383 393 402 408 409 428 516 518 52& 528 529
532 533 535 536 541 575 577 596

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1984-042190

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—45107

⑪ Int. Cl.³
B 29 B 1/00
// B 29 B 3/04

識別記号

庁内整理番号
7112—4F
7112—4F

⑬ 公開 昭和59年(1984)3月13日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ ポリエステル粉粒体の貯蔵方法

松山市北吉田町77番地帝人株式
会社松山工場内

⑮ 特 願 昭57—154513

⑯ 発 明 者 曾我旺

⑰ 出 願 昭57(1982)9月7日

松山市北吉田町77番地帝人株式
会社松山工場内

⑰ 発 明 者 鈴岡章黄

⑰ 出 願 人 帝人株式会社

松山市北吉田町77番地帝人株式
会社松山工場内

大阪市東区南本町1丁目11番地

⑰ 発 明 者 山内伸一

⑰ 代 理 人 弁理士 前田純博

明 細 書

1. 発明の名称

ポリエステル粉粒体の貯蔵方法

2. 特許請求の範囲

1 アルキレンテレフタレートを主たる繰返単位とするポリエステル粉粒体を貯蔵するに際し、重合終了後のポリエステルを粉粒体となした後、直ちに、該粉粒体の少なくとも表層部を結晶化せしめて貯蔵することを特徴とするポリエステル粉粒体の貯蔵方法。

2 粉粒体表層部の結晶化層の厚さが20μ以上である特許請求の範囲第1項記載の方法。

3 結晶化を110℃以上の加熱水蒸気で行なう特許請求の範囲第1項又は第2項記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はポリエステル粉粒体をパンカー等に貯蔵する際に粉粒体の含有水分率上昇を極力少なくする貯蔵方法に関するものである。ポリエ

ステルは通常溶融重合後にペレット状、チップ状または粉状等の粉粒体としホットパーあるいはパンカー等に長時間貯蔵され、必要に応じて取り出され、糸、フィルム、ボトル等に成形される。

ところで、ポリエステルは、水分を含有したまま溶融すると、エステル結合が加水分解を起して重合度が低下し、紡糸又は成形して得られた製品の品質を著しく低下させる原因となる。このため、ポリエステルの溶融紡糸又は溶融成形に際し、溶融前に該ポリエステルを粉粒体の状態で十分加熱乾燥し、水分をできるだけ除去しておくことが行なわれている。

この乾燥工程では、十分な温度と時間をかけて粉粒体を加熱乾燥し、溶融工程において水分による重合度低下が起らなくなるようにしているにもかかわらず、加熱乾燥後の粉粒体に大幅な水分率の変動が生ずるのを防ぐことができない。

本発明者等は、この原因について、種々調査

検討を重ねた結果、乾燥前の粉粒体が貯蔵中に水分を吸収すると乾燥工程で十分な乾燥が行なえなくなり、乾燥後の粉粒体の水分率が上昇することを見出し、貯蔵中の粉粒体が水分を吸収しないようにすればこの問題を解消しうることを究明して本発明に到達した。

即ち、本発明は、アルキレンテレフタレートの主たる繰返単位とするポリエステル粉粒体を貯蔵するに際し、重合終了後のポリエステルを粉粒体となした後、直ちに、該粉粒体の少なくとも表層部を結晶化せしめて貯蔵することを特徴とするポリエステル粉粒体の貯蔵方法である。

本発明におけるポリエステルは、アルキレンテレフタレートの主たる繰返単位とするもので、特にエチレンテレフタレートの主たる繰返単位とするものが好ましい。前記成分として、例えば、アジピン酸、セバシン酸、イソフタル酸、5-ソジウムスルホイソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、等の二塩基酸類、オキシ安息香酸の如きオキシ酸類、及びジエチレングリコ-

- 3 -

ルの水分率が上昇するようなことがない。粉粒体内部に水分が吸収されるのを防止するには、その表層部のみを結晶化させておけば十分であり、表層部結晶化層の厚さは、20 μ 以上、特に40 μ 以上とするのが好ましい。粉粒体の全体を完全に結晶化させてもよいことはいうまでもない。

粉粒体を結晶化させるには、110℃以上の加熱水蒸気で処理するのが好適であり、この加熱水蒸気は、飽和水蒸気であつても、スーパーヒートされた水蒸気であつてもよい。該粉粒体の水分含有率の増加を防止するといういみで、なるべく120℃ないし200℃のスーパーヒートされた水蒸気が好ましい。また加熱水蒸気温度は、なるべく高温が望ましいが、温度をあまり高くしすぎると該ポリエステルの分解反応が促進されることより200℃以下程度で結晶化処理することが好ましい。

更に、加熱水蒸気で結晶化する場合には、粉粒体長時間にわたつて、水蒸気雰囲気中に曝露

- 5 -

ル、プロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、ペンタエリスリトール、ポリエチレングリコール、1,4-ブタンジオール、等のグリコール類を10モル%以下共重合させてもよく、また、他のポリマーを10重量%以下ブレンドしたものでよい。

また該ポリエステルには酸化チタン等の脱消剤、離染剤、耐酸、耐熱剤、リン化合物等の着色安定剤、漏電防止剤、蛍光増白剤、ホウ素化合物等の公知の粘度安定剤等が含まれてもよい。

本発明におけるポリエステル粉粒体とは、チップ、ペレット、フレーク、粉末状のポリエステルを意味する。

溶解紡糸、成形に先だつて、粉粒体の乾燥を行なうまでの間は、該粉粒体は、少なくともその表層部を結晶化させた状態で貯蔵する必要がある。少なくとも表層部を結晶化させておくことによつて、粉粒体内部に水分が吸収されるのが防止され、乾燥前の粉粒体の水分率が増大するようなことがなく、従つて、乾燥後の粉粒体

- 4 -

しておくこと、粉粒体の水分率が増加することになるので、なるべく短時間で処理するのが好ましい。処理時間を短縮させることは、省エネルギー及び生産効率の向上のうえからも好ましい。

更に、本発明においては、粉粒体の結晶化処理を、重合終了後粉粒体を形成した直後に行なうことが必要である。粉粒体形成後、時間が経過してかき結晶化処理を施したのでは、その間に粉粒体が水分を吸収してしまうので効果が半減してしまう。

このように、本発明方法によれば、貯蔵中の粉粒体の水分含有率増加を防止し、乾燥後の粉粒体の水分率上昇を防ぐことができ、溶解紡糸、成形時に製品が加水分解によつて劣化するのを防止することができる。また、本発明方法では、貯蔵中の粉粒体がすでに結晶化されているから、従来行なわれているように、乾燥直前に粘着防止のために粉粒体を結晶化させる必要もない。

以下、実施例により本発明方法を説明する。

- 6 -

実施例 1 ～ 3 . 比較例 1 ～ 2

ジメチルテレフタレートとエチレングリコールを溶解重合して得た融点 257℃、無限粘度(η) 0.64 のポリエチレンテレフタートを、吐出、急冷後、切断して、直径 3 mm、長さ 4 mm の円柱状ペレットとなし、これをそれぞれ 300g づつとり、直ちに次表に示す条件で加熱水蒸気による結晶化処理を施した。尚、吐出、切断直後のペレットの水分率は 0.05 重量% であった。

次に各サンプルを 500cc のビーカーに入れ上部を開放したまま相対湿度 65%、温度 23℃ の室内に所定時間放置して吸湿量を測定し、更に 7 日間貯蔵したものについて 150℃ の熱風による流動床上で 3 時間乾燥し、ペレットの水分率を測定した。

尚、比較のために結晶化処理を施さないペレットについても実施例と同様なテストを行つた(比較例 1)。但し、比較例 1 においては、ペレットの乾燥直前に 110℃ の加熱水蒸気で 2 秒間結晶化処理を施した。

- 7 -

| | 加熱水蒸気 処理条件 | | 乾燥結晶 化層の 厚さ (μ) | 吸 湿 量 (重量%) | | | | 乾 燥 後 ペレットの 水 分 率 (重量%) |
|------|---------------|-------------|--------------------------|-------------|------|------|------|----------------------------------|
| | 温度 (℃) | 処理時間 (秒) | | 貯 蔵 日 数 | | | | |
| | | | | 1 | 3 | 5 | 7 | |
| 比較例1 | — | — | 0 | 0.15 | 0.22 | 0.28 | 0.33 | 0.011 |
| | # 2 | 10 | 0 | 0.14 | 0.22 | 0.26 | 0.34 | 0.010 |
| 実施例1 | 110 | 2 | 20 | 0.10 | 0.14 | 0.18 | 0.23 | 0.005 |
| | # 2 | 2 | 50 | 0.08 | 0.10 | 0.15 | 0.20 | 0.005 |
| # 3 | 180 | 5 | 100 | 0.05 | 0.08 | 0.12 | 0.17 | 0.004 |

- 9 -

それらの結果を次表に示す。ペレットを結晶化させて貯蔵する本発明方法によれば、貯蔵中のペレットの吸湿量が少なく、乾燥後のペレット水分率も低くなることが明らかである。

- 8 -

実施例 4 ～ 6 . 比較例 3 ～ 4

実施例 1 ～ 3、比較例 1 ～ 2 において、ペレットを、相対湿度 95%、温度 23℃ の雰囲気中に貯蔵するように変更し、その他の条件はそのままとして実験をくりかえした。結果を次表に示す。この結果からも、本発明方法によれば、貯蔵中のペレットの吸湿量が少なく、乾燥後のペレットの水分率も低くなることが明らかである。

| | 貯蔵ペレット | 吸 湿 量 (重 量 %) | | | | 乾 燥 後 ペレ ットの 水分率 (重量%) |
|-------|-----------|----------------|------|------|------|------------------------------------|
| | | 貯 蔵 日 数 | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | |
| 比較例 3 | 比較例 1 に同じ | 0.38 | 0.55 | 0.67 | 0.75 | 0.025 |
| # 4 | 比較例 2 # | 0.37 | 0.56 | 0.67 | 0.74 | 0.025 |
| 実施例 4 | 実施例 1 # | 0.28 | 0.45 | 0.53 | 0.59 | 0.015 |
| # 5 | 実施例 2 # | 0.25 | 0.40 | 0.48 | 0.56 | 0.015 |
| # 6 | 実施例 3 # | 0.20 | 0.35 | 0.40 | 0.48 | 0.012 |

特許出願人 帝人株式会社
代理人 弁理士 前田 純 博

- 10 -

-37-